

⑫ 公開特許公報(A)

平4-36209

⑤ Int. Cl.⁵A 01 N 65/00
37/06

識別記号

A

庁内整理番号

7057-4H
8930-4H

⑬ 公開 平成4年(1992)2月6日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 天然ジャスミン酸の炭酸ガス分離方法

⑰ 特 願 平2-142135

⑱ 出 願 平2(1990)5月30日

⑲ 発 明 者 桃 谷 好 英 大阪府枚方市楠葉野田3-30-5
 ⑲ 発 明 者 上 田 純 一 大阪府富田林市津々山台1丁目4番22号
 ⑲ 発 明 者 宮 本 健 助 大阪府堺市大野芝町23 大阪府立大学宅舎4-111
 ⑲ 発 明 者 佐 藤 知 広 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社内
 ⑳ 出 願 人 大阪瓦斯株式会社 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号
 ㉑ 代 理 人 弁理士 三枝 英二 外2名

明 細 書

発明の名称 天然ジャスミン酸の炭酸ガス分離方法

特許請求の範囲

- ① 天然ジャスミン酸を含有する植物原料および／または微生物を圧力73atm以上、温度32～100℃で炭酸ガス雰囲気下に処理し、天然ジャスミン酸を分離することを特徴とする天然ジャスミン酸の分離方法。
- ② 炭酸ガス中にC₁～C₄低級アルコールを含有させることを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、天然ジャスミン酸を炭酸ガス雰囲気中で分離する方法に関する。

従来技術およびその問題点

天然ジャスミン酸は、ソケイ、マツリカなどの

高等植物に存在し、植物の成長抑制作用、果実の熟成促進作用などを有することが知られている

(A. Meyer, O. Miersch, J. Plant Growth Regul., 3, 1 (1984); 高木、山根、高橋、植物化学調節学会昭和50年度大会要旨集)。また天然ジャスミン酸は、化粧品の香料、食料品の香料などとしても有用である。

従来、天然ジャスミン酸の植物からの分離は、多種類の有機溶媒を用いて溶液のpHを調整の上で抽出操作を繰り返し行ない、更にカラムクロマトグラフィーおよび吸着分離法を行なうことにより実施されている。しかしながら、この方法は、天然ジャスミン酸が空气中酸素による酸化、熱変性などを惹起し易いので、大量の有機溶媒による多段階の操作を必要とするため、複雑な抽出条件が要求され、抽出後長時間に亘って真空で低温下に溶媒を留去させる必要がある。また、大量の有機溶媒の使用は、毒性、引火性などの点から、取

扱上非常に注意する必要がある。

問題点を解決するための手段

上記のような現状に鑑みて、本発明者は、天然ジャスミン酸をより容易に短時間で分離できる方法を研究した結果、ジャスミン酸を含有する天然原料を超臨界炭酸ガス雰囲気中で抽出処理することにより、上記のような問題を軽減若しくは解決し得ることがわかった。

即ち、本発明は、「天然ジャスミン酸を含有する植物原料および／または微生物を圧力73atm以上、温度32～100℃で炭酸ガス雰囲気下に処理し、天然ジャスミン酸を分離することを特徴とする天然ジャスミン酸の分離方法。」を提供するものである。

本発明において使用する天然ジャスミン酸を含有する原料としては、ジャスミン酸を含有する全ての生体を利用することができ、例えば、ニガヨモギ、ソケイ、マツリカなどの高等植物、ユーグ

レナ、スピルリナ、クロレラなどの微生物を利用することができる。このような天然ジャスミン酸原料を単独でまたは異なる種類のものを組合わせて、乾燥状態または湿った状態で、磨砕または粉碎して用いる。原料の含水率は、4%よりも大きいと原料細胞内に存在する酵素などによりジャスミン酸が分解され易くなるため、4%以下であることが好ましい。磨砕または粉碎するのは、炭酸ガスへの溶解性を高めるためであるが、微粉状態にまで粉碎した場合は、炭酸ガスの流動により飛散し易くなるため、抽出出口に防止ネットが必要になる。

本発明方法において、例えば第1図に示すような抽出装置を用いて、抽出分離することができる。まず、磨砕または粉碎した天然ジャスミン酸原料を、抽出器(2)に充填して、該抽出器および低压分離器(9)を炭酸ガスの臨界温度以上である32～100℃に設定された恒温槽(1)内にセ

ットする。100℃よりも高い温度に設定する場合、ジャスミン酸の熱変性を惹起し易い。次いで、液化炭酸ガスポンベ(3)(または炭酸ガスポンベ)から高純度の炭酸ガスを臨界状態以下に設定し、二重管式液化クーラー(4)を経由して、抽出器(2)に送り込んで、抽出を行なう。この時炭酸ガスは、プランジャータイプの高圧液ポンプ(5)によって炭酸ガスの臨界圧以上、即ち73atm以上、好ましくは73～200atmに加圧され、恒温槽(1)内の蒸発器(6)で超臨界状態になって、抽出器(2)に導入される。200atmよりも高圧に加圧した場合、抽出効果は低下しないが、装置に対してより大きな耐圧性が要求される。圧力調節弁A(7)を高圧液ポンプ(5)と同じ圧力にセットし、圧力調節弁B(8)を抽出圧力の1/5～4/5程度にセットする。超臨界状態の炭酸ガスの平均流量は、通常1～100Nℓ/分とする。抽出時間は、使用するジャスミ

ン酸原料およびその使用量により変化するが、例えばユーグレナ10gを原料として用いる場合、2～4時間程度である。上記抽出操作において、炭酸ガス中にC₁～C₄低級アルコールを0.1～10重量%加えることにより、ジャスミン酸の抽出率を向上させることができる。0.1重量%未満であれば、抽出率が十分に向上せず、10重量%を超えても、それ以上の抽出率の向上は得られない。

抽出終了後、抽出物は、抽出器(2)の後段に設置された分離器(9)に導入され、炭酸ガスと完全に分離される。分離終了後、分離器および捕集器内にジャスミン酸を含有する褐色のガム状物質を得る。

次いでこのガム状物質を精製する。精製方法は、特に限定されるものではないが、例えば、ガム状物質を極微量の酢酸エチル液に溶解させて、大量のジアゾメタンでメチル化し、分取ガスクロマト

グラフィーに供して、ジャスミン酸メチルエステルを得る。このようにして得られたジャスミン酸エステルをアルカリにより加水分解して、ジャスミン酸を得る。

発明の効果

本発明の方法によれば、生体原料を短時間で連続処理して、高い抽出効率を得ることができる。また、有機溶媒を大量に使用する必要がないため、分離抽出コストの低減を計ることができる。

実施例

下記に実施例を挙げて、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例 1

ユーグレナ グラシリスの凍結乾燥粉末（含水率3%）10gを第1図に示す抽出装置に供した。まず、上記粉末を抽出器（2）（容量75ml）に充填し、この抽出器（2）および分離器（9）

OV-1（直径3mm×長さ2m）ガラス、カラム温度：160℃、キャリアーガス：窒素、流量：35ml/分）にかけて、リテンションタイム6.88分の溶出部分を分取した。分取したジャスミン酸メチルエステルを1N水酸化ナトリウムで加水分解して、ジャスミン酸5ngを得た。

実施例 2

ユーグレナ グラシリスの凍結乾燥粉末（含水率4%）10gを第1図に示す抽出装置に供した。まず、上記粉末を抽出器（2）（容量75ml）に充填し、この抽出器（2）および分離器（9）

（容量75ml）を60℃の恒温槽（1）内にセットした。液化炭酸ガスポンプ（3）から炭酸ガスを60kg/cm²absに設定し、二重管式液化クーラー（4）に送入して、液化し、これにアルコール容器（11）からエチルアルコールを1重量%加えた。次いで、プランジャータイプの高圧液ポンプ（5）により100kg/cm²absに加圧した（圧

（容量75ml）を40℃の恒温槽（1）内にセットした。液化炭酸ガスポンプ（3）から炭酸ガスを60kg/cm²absに設定し、二重管式液化クーラー（4）に送入して、液化させた後、プランジャータイプの高圧液ポンプ（5）によって500kg/cm²absに加圧した（圧力調節弁A（7）を500kg/cm²absにセットした）。炭酸ガスは、恒温槽（1）内の蒸発器（6）で超臨界状態（500kg/cm²abs、40℃）となって、抽出器（2）に導入された。この時、圧力調節弁B（8）を100kg/cm²absにセットした。この超臨界炭酸ガスを平均流量15Nℓ/分で約3時間流した。

抽出分離操作後、分離器（9）および捕集器（10）内に褐色のガム状物質が得られた。このガム状物質を回収して、酢酸エチル5mlに溶解して、大過剰のジアゾメタンのエーテル溶液でメチル化した。次いで、メチル化したものを分取ガスクロマトグラフィー（日立163型、カラム：1%

力調節弁A（7）を100kg/cm²absにセットした）。炭酸ガスは、恒温槽（1）内の蒸発器（6）で超臨界状態（100kg/cm²abs、60℃）となって、抽出器（2）に導入された。この時、圧力調節弁B（8）を50kg/cm²absにセットした。この超臨界炭酸ガスを平均流量10Nℓ/分で約5時間流した。

抽出分離操作後、分離器（9）および捕集器（10）内に得られた褐色のガム状物質を実施例1と同様の精製操作に供して、ジャスミン酸6.2ngを得た。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明の方法に用いることができる抽出装置を概略的に示す図である。

- (1) …… 恒温槽
- (2) …… 抽出器
- (3) …… 液化炭酸ガスポンプ
- (4) …… 二重管式液化クーラー

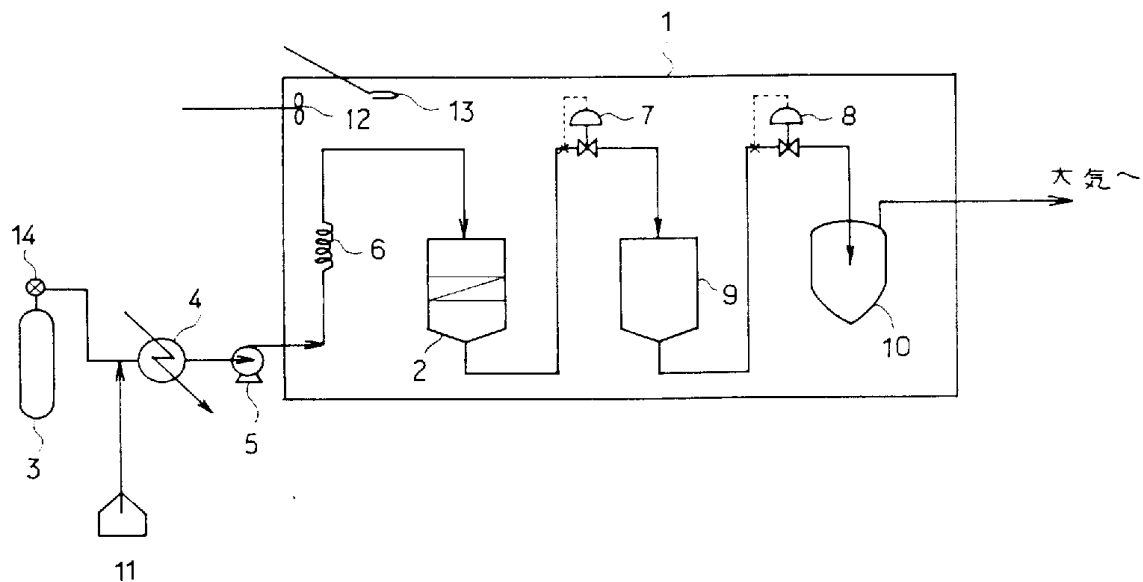
- (5) …… 高圧液ポンプ
- (6) …… スパイラル式蒸発器
- (7) …… 圧力調節弁 A
- (8) …… 圧力調節弁 B
- (9) …… 低圧分離器
- (10) …… 捕集機
- (11) …… アルコール容器
- (12) …… 攪拌機
- (13) …… ヒーター
- (14) …… 液化ポンベ圧力調整器

(以 上)

代理人 弁理士 三枝 英二



第 1 図



PAT-NO: JP404036209A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04036209 A
TITLE: METHOD FOR SEPARATING
NATURAL JASMINIC ACID WITH
GASEOUS CARBON DIOXIDE
PUBN-DATE: February 6, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MOMOTANI, YOSHIHIDE	
UEDA, JUNICHI	
MIYAMOTO, KENSUKE	
SATO, TOMOHIRO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
OSAKA GAS CO LTD	N/A

APPL-NO: JP02142135
APPL-DATE: May 30, 1990

INT-CL (IPC): A01N065/00 , A01N037/06

ABSTRACT:

PURPOSE: To readily and continuously obtain natural jasminic acid with a high extraction efficiency in a short time by subjecting a plant raw material and/or microorganism containing the

natural jasminic acid to extraction treatment in an atmosphere of supercritical gaseous carbon dioxide at a specific temperature under a specified pressure.

CONSTITUTION: A plant raw material such as *Artemisia absinthium* L., *Jasminum officinale* L. var. *grandiflorum* Kobuski or *Jasminum sambac* Aiton or a microorganism such as algae of the genus *Euglena*, *Spirulina* or *Chlorella* containing natural jasminic acid or both are subjected to extraction treatment in an extractor 2, preferably in a gaseous carbon dioxide atmosphere at a temp. of 32-100°C under 73-200 atms pressure of the supercritical state by adding 0.1-10wt.% 1-4C lower alcohol 11 into the gaseous carbon dioxide to continuously treat a biological raw material. Thereby, the objective natural jasminic acid having growth inhibitory action on plants and ripening promoting action, etc., on fruits and useful as perfumes for cosmetics or foods, etc., is advantageously separated in a separator 9 with high extraction efficiency without requiring the use of organic solvents in a large amount.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio